

**STUDI VARIASI DAYA PADA PROSES MODIFIKASI
PERMUKAAN LAPISAN POLIANILIN (PANI) DENGAN
PLASMA OKSIGEN**

SKRIPSI

Oleh:

RANI PUTRI LAVINIA

145090301111029



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
2018**



**STUDI VARIASI DAYA PADA PROSES MODIFIKASI
PERMUKAAN LAPISAN POLIANILIN (PANI) DENGAN
PLASMA OKSIGEN**

SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains
dalam bidang fisika

oleh:

RANI PUTRI LAVINIA

NIM.145090301111029



**JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS BRAWIJAYA
2018**



LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI
STUDI VARIASI DAYA PADA PROSES MODIFIKASI
PERMUKAAN LAPISAN POLIANILIN (PANI) DENGAN
PLASMA OKSIGEN

oleh:

RANI PUTRI LAVINIA
NIM.145090301111029

Setelah dipertahankan di depan Majelis Penguji
pada tanggal dan dinyatakan memenuhi syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains dalam bidang fisika

Pembimbing I

Pembimbing II

Ir. D.J.Djoko H.S,M.Phil.,Ph.D
NIP.196601311990021001

Dr.Eng.Masruroh, M.si
NIP. 197512312002122002

Mengetahui,
Ketua Jurusan Fisika
Fakultas MIPA Universitas Brawijaya

Prof.Dr.rer.nat Muhammad Nurhuda
NIP.196409101999021001



LEMBAR PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Rani Putri Lavinia

NIM : 145090301111029

Program Studi : Fisika

Penulis skripsi berjudul :

**Studi Variasi Daya Pada Proses Modifikasi Permukaan Lapisan
Polianilin (PANi) Dengan Plasma Oksigen**

Dengan ini menyatakan bahwa:

1. Isi dari Skripsi yang saya buat adalah benar-benar karya sendiri dan tidak menjiplak karya orang lain, selain nama-nama yang termaktub di isi dan tertulis di daftar pustaka dan Tugas Akhir ini.
2. Apabila dikemudian hari ternyata Skripsi yang saya tulis terbukti hasil jiplakan, maka saya akan bersedia menanggung resiko yang akan saya terima.

Demikian pernyataan ini dibuat dengan segala kesadaran.

Malang, 11 Mei 2018
Yang menyatakan

(Rani Putri Lavinia)
NIM. 145090301111029



STUDI VARIASI DAYA PADA PROSES MODIFIKASI PERMUKAAN LAPISAN POLIANILIN (PANI) DENGAN PLASMA OKSIGEN

Abstrak

Telah dilakukan modifikasi permukaan lapisan tipis Polianilin (PANi) dengan teknik plasma oksigen untuk meningkatkan sifat hidrofobisitas dari permukaan PANi. Deposisi lapisan tipis PANi dilakukan dengan teknik *spin coating* dengan kecepatan putar 4000 rpm. Perlakuan plasma dilakukan dengan plasma oksigen selama 60 detik dengan laju alir 50 ml/menit dan tekanan 40 Pa. Plasma oksigen dibangkitkan dengan variasi daya 24 watt, 30 watt, dan 42 watt. Hasil karakterisasi FTIR menunjukkan adanya perubahan gugus fungsi PANi akibat perlakuan plasma. Sesudah perlakuan plasma morfologi permukaan lapisan PANi menjadi lebih halus. Terjadi penurunan nilai kekasaran dan tingkat kebasahan sesudah perlakuan plasma, sehingga permukaan lapisan menjadi hidrofilik.

Kata Kunci: Polianilin, Kekasaran, Tingkat kebasahan, Daya, Plasma Oksigen



STUDY OF POWER VARIATION IN MODIFICATION PROCESS OF *POLYANILINE* (PANi) LAYER SQUARE WITH OXYGEN PLASMA

Abstract

A surface modification of PANi thin film by oxygen plasma technique has been performed to improve the hydrophobicity of PANi surface. The deposition of PANi thin film by spin coating technique with 4000 rpm rotational speed. Plasma treatment using oxygen plasma 60 second treatment time with 50 ml / min oxygen flow rate and 40 Pa pressure. The oxygen plasma was generated with 24 watts, 30 watts, and 42 watts of power variation. FTIR characterization results indicate a change of PANi functional group due to plasma treatment. After plasma morphology treatment the surface of the PANi layer becomes smoother. Roughness and wetness all values decreased after plasma treatment, causing the surface of the coating becomes hydrophilic.

Keywords: Polyaniline, Wettability, Roughness, Power, Oxygen Plasma



KATA PENGANTAR

Segala puji syukur senantiasa penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, Tuhan Yang Maha Esa pemilik segenap alam semesta. Atas rahmat dan hidayah-Nya, penulis dapat menuntaskan proposal skripsi yang berjudul **Studi Variasi Daya Pada Proses Modifikasi Permukaan Lapisan Polianilin (PANi) Dengan Plasma Oksigen** dengan lancar tanpa kendala. Secara umum tulisan ini berisi tentang pengaruh daya plasma oksigen terhadap morfologi permukaan *Quartz Crystal Microbalance* yang terdeposisi lapisan tipis PANi dan sifat hidrofobisitas *Quartz Crystal Microbalance* yang telah terdeposisi lapisan tipis PANi.

Pada kesempatan ini, penulis ingin mengucapkan banyak terima kasih kepada berbagai pihak yang disebutkan berikut ini. Tanpa bantuan dan dukungan mereka, penulis tidak akan dapat menyelesaikan proposal dengan baik dan tepat waktu.

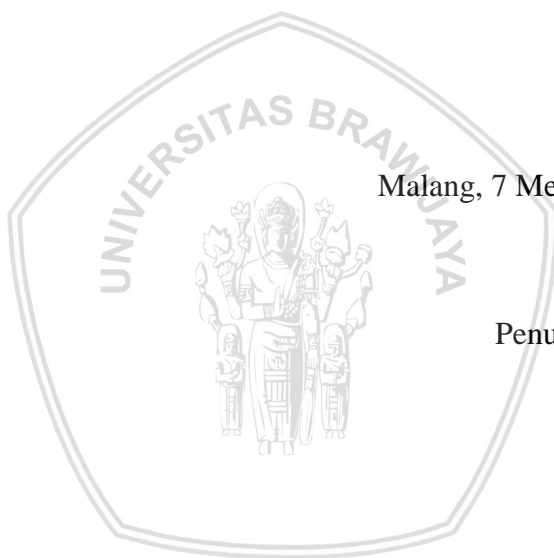
1. Orang tua dan kakak yang selalu mendoakan dan memberikan dukungan
2. Ir. Dionysius Joseph Djoko Herry Santjojo, M.Phil., Ph.D dan Dr. Eng. Masruroh, S.Si, M.Si sebagai dosen pembimbing
3. Ibu Nugrahani Primary Putri, S.si, M.Si yang telah memberikan arahan dalam penelitian
4. Kak Arin, kak Tyas, kak Dika yang telah memberikan arahan dalam penelitian dan penggunaan alat
5. Keluarga Besar Jurusan Fisika Universitas Brawijaya
6. Teman – teman Fisika angkatan 2014 yang telah memberikan dukungan
7. Teman – teman satu kelompok skripsi Desy Widya, Maulidiah, Ermitha, Hera, Adib.

8. Teman – teman satu laboratorium Kristian Agustinus, Febrian Lukman, Rifky Adi, Yopi Ragil, Betty Meytasari, April.
9. Sahabat dekat saya Bayu Romadhona, Bella Altika, Ririn Dwi, dan Ainin Uswaha

Penulis menyadari bahwa dalam penyusunan naskah skripsi ini masih banyak kekurangan. Harapan yang besar dalam penyusunan naskah skripsi ini adalah mudah-mudahan yang disusun dapat memberikan manfaat.

Malang, 7 Mei 2018

Penulis







DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN SKRIPSI	i
LEMBAR PERNYATAAN	iii
Abstrak	v
Abstract	vii
KATA PENGANTAR	ix
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR TABEL	xvii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian	2
1.5 Batasan Masalah	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 <i>Quartz Crystal Microbalance (QCM)</i>	5
2.2 Polianilin (PANi)	6
2.3 Plasma	8
2.4 Pengaruh Plasma Oksigen Terhadap Gugus Fungsi PANi	10
2.5 Sudut Kontak (<i>Contact Angle</i>)	11
BAB III METODE PENELITIAN.....	15
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	15
3.2 Peralatan dan Bahan	15
3.3 Prosedur Penelitian	15
3.3.1 Persiapan alat dan bahan	16
3.3.2 Sintesis polianilin dengan metode polimerisasi-oksidasi ...	16
3.3.3 Deposisi Lapisan Tipis PANi pada permukaan QCM dengan Teknik Spin Coating	17
3.3.4 Karakterisasi QCM Sebelum Perlakuan Plasma	18
3.3.4.1 Pengamatan QCM menggunakan Mikroskop Optik	18
3.3.4.2 Pengukuran Kekasaran Sampel dengan TMS-1200	18
3.3.4.3 Pengukuran Sudut Kontak	18
3.4 Modifikasi Lapisan Tipis PANi dengan Plasma Oksigen	19

3.4.1 Karakterisasi QCM Sesudah Perlakuan Plasma Oksigen ..	20
3.5 Diagram Alir	21
3.5.1 Diagram alir penelitian	21
3.5.2 Diagram Alir Sintesis Polianilin dengan metode Polimerisasi-Oksidasi	22
3.5.3 Diagram Alir Spin coating	23
3.5.4 Diagram Alir Modifikasi dengan teknologi plasma	24
3.5.5 Karakterisasi QCM Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma	25
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	27
4.1 Karakterisasi Gugus Fungsi PANi Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma Oksigen	27
4.2 Pengaruh Daya Terhadap Morfologi Permukaan QCM yang Telah Terdeposisi PANi	30
4.3 Karakterisasi Sifat Hidrofilisitas PANi Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma Oksigen	32
4.4 Karakterisasi Kekasaran (Roughness) PANi Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma	32
BAB V PENUTUP	39
5.1 Kesimpulan	39
5.2 Saran	39
DAFTAR PUSTAKA	41
DAFTAR LAMPIRAN	43

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Sensor QCM	5
Gambar 2.2 Prinsip piezoelectrik	6
Gambar 2.3 Struktur PANi secara umum dalam bentuk basa (Maddu, n.d.)	7
Gambar 2.4 Spektra FTIR lapisan tipis PANi sebelum dan sesudah perlakuan plasma dengan waktu yang berbeda (Kunzo et al., 2012)	11
Gambar 2.5 Berbagai sudut θ yang dapat terbentuk antara liquid dengan permukaan target (Yuan & Lee, 2013)	13
Gambar 4.1 Spektrum FTIR lapisan tipis PANi sebelum perlakuan plasma	
Error! Bookmark not defined.	
Gambar 4.2 Spektrum FTIR lapisan tipis PANi sesudah perlakuan plasma	29
Gambar 4.3 (a) menunjukkan hasil pengamatan mikroskop optik sebelum perlakuan plasma, (b) menunjukkan hasil pengamatan mikroskop optik sesudah perlakuan plasma	31
Gambar 4.4 (a) menunjukkan hasil pengamatan sebelum perlakuan. (b) menunjukkan hasil perlakuan dengan daya 24W ..	31
Gambar 4.5 (a) menunjukkan hasil pengukuran sudut kontak sebelum perlakuan plasma, (b) menunjukkan hasil pengukuran sudut kontak sesudah perlakuan plasma dengan daya 30 Watt	35
Gambar 4.6 Hasil karakterisasi kekasaran QCM sebelum perlakuan plasma	35
Gambar 4.7 Hasil karakterisasi kekasaran QCM sesudah perlakuan splasma	36
Gambar 4.8 Perbedaan nilai kekasaran sebelum perlakuan plasma dan sesudah perlakuan plasma	37



DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Perbandingan perbedaan sudut kontak lapisan PANi sebelum perlakuan plasma dan sesudah perlakuan plasma	33
Tabel 4.2 Perbandingan perbedaan kekasaran lapisan PANi sebelum perlakuan plasma dan sesudah perlakuan plasma	36





DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Data Kekasaran Polianilin Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma	43
Lampiran 2. Gambar grafik TMS penentuan kekasaran permukaan lapisan PANi	43
Lampiran 3. Data Sudut Kontak Polianilin	46
Lampiran 4. Gambar Sudut Kontak Sebelum Perlakuan	47
Lampiran 5. Hasil FTIR (<i>Fourier Transform Infrared</i>)	50
Lampiran 6. Gambar Alat	51







BAB I PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

QCM (*Quartz Crystal Microbalance*) merupakan kristal kuarsa tipe *AT-cut* dimana kedua sisinya dilapisi oleh elektroda yang bekerja dengan memanfaatkan prinsip *piezoelektrik*. Yang berarti bahwa setiap perubahan massa yang terjadi dapat dideteksi, dan dapat diukur perubahan frekuensinya. QCM banyak digunakan dalam bidang sensor mulai tahun 1959 sejak Sauerbrey berhasil menemukan hubungan antara perubahan resonansi frekuensi dengan perubahan densitas massa pada bagian permukaan sensornya. Secara teoritis, perubahan massa akan sebanding dengan kuadrat frekuensi resonansi (Hadi dkk, 2014).

Polianilin (PANi) merupakan polimer yang tersusun dari pasangan monomer-monomer anilin yang membentuk cincin-cincin benzoid (B) dan cincin-cincin quinoid (Q), yang dihubungkan dengan ikatan atom nitrogen (N) melalui ikatan amina dan imina. Dilakukan deposisi menggunakan PANi karena bersifat polar dan bagus untuk lapisan fungsional. Dimana deposisi PANi yang bersifat polar ini dapat digunakan untuk menambah massa pada permukaan QCM sehingga terjadi perubahan frekuensi yang tinggi. Pada penelitian ini, deposisi PANi menggunakan metode *spin coating*. PANi yang dideposisikan pada QCM mengakibatkan permukaan menjadi bersifat hidrofilik. Agar dihasilkan lapisan dengan permukaan level hidrofilik yang tinggi maka perlu dilakukan modifikasi permukaan (Aryati, 1999).

Modifikasi permukaan polimer menggunakan plasma merupakan salah satu cara paling efektif. Hal ini dikarenakan, plasma dapat membuat permukaan menjadi bersifat lebih hidrofilik. Selain itu, metode ini juga membutuhkan waktu *treatment* yang lebih pendek dibandingkan dengan metode modifikasi permukaan lainnya. Modifikasi permukaan dengan plasma ini menggunakan plasma oksigen. Plasma oksigen menyebabkan adanya ikatan antara oksigen dengan hidrogen. Salah satu penyusun PANi adalah hidrogen. Sehingga ketika dimodifikasi, hidrogen dalam lapisan PANi berikatan dengan oksigen yang membuat permukaan bersifat lebih polar (Robiandi dkk, 2014).

Waktu perlakuan plasma dapat mempengaruhi gugus fungsi dari PANi. Untuk mengetahui adanya perubahan gugus fungsi tersebut maka dilakukan pengujian menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) (Kunzo dkk, 2012). (Kunzo dkk, 2012) hanya melakukan modifikasi permukaan menggunakan parameter waktu untuk mengetahui perbedaan gugus fungsinya. Maka penulis perlu melakukan modifikasi dengan parameter yang berbeda agar didapat permukaan dengan sifat hidrofilik. Sehingga penelitian ini diberi judul “Studi Variasi Daya Pada Proses Modifikasi Permukaan Lapisan Polianilin (PANi) Dengan Plasma Oksigen”.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut, maka didapatkan perumusan masalah sebagai acuan dalam pelaksanaan penelitian ini, yaitu:

- 1) Bagaimana pengaruh perlakuan plasma terhadap gugus fungsi PANi?
- 2) Bagaimana pengaruh variasi daya plasma terhadap morfologi permukaan, dan kekasaran permukaan lapisan PANi?
- 3) Bagaimana pengaruh variasi daya plasma pada sifat hidrofobisitas lapisan tipis PANi di atas substrat QCM dengan menggunakan teknologi plasma oksigen?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

- 1) Menganalisis pengaruh perlakuan plasma terhadap gugus fungsi PANi.
- 2) Menganalisis pengaruh variasi daya plasma terhadap morfologi permukaan dan kekasaran permukaan lapisan PANi.
- 3) Menganalisis sifat hidrofobisitas lapisan tipis PANi diatas substrat QCM akibat modifikasi menggunakan teknologi plasma oksigen.

1.4 Manfaat Penelitian

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah menghasilkan lapisan PANi dengan struktur, morfologi, dan kekasaran yang baik untuk meningkatkan sensitivitas pada QCM.

1.5 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dalam penelitian ini antara lain:

- 1) Konsentrasi larutan PANi-NMP yang digunakan adalah 1%.
- 2) Teknik pelapisan PANi pada permukaan QCM dengan metode *spin coating* menggunakan kecepatan putar 4000 rpm.
- 3) Modifikasi lapisan tipis PANi menggunakan plasma oksigen.
- 4) Laju alir yang digunakan adalah 50 ml/menit
- 5) Tekanan yang digunakan adalah 40 Pa.
- 6) Waktu yang digunakan untuk perlakuan plasma adalah 60 s.



[HALAMAN INI SENGAJA DIKOSONGKAN]

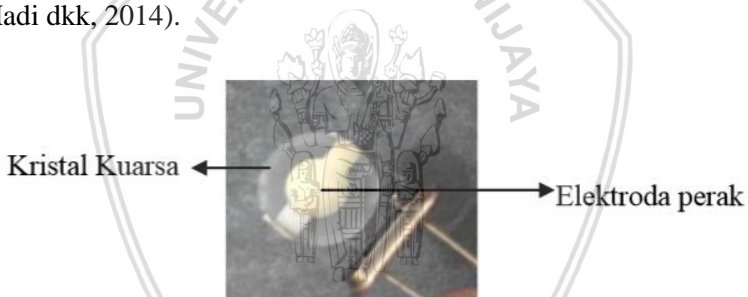


BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 *Quartz Crystal Microbalance (QCM)*

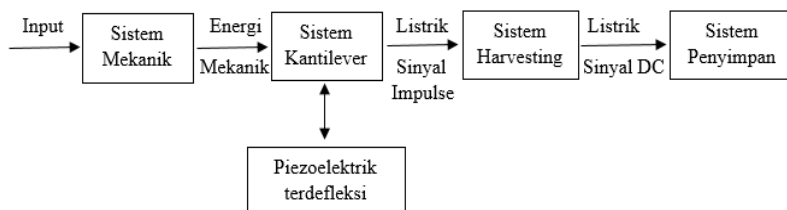
Pada 1959, Sauerbrey menunjukkan penemuan yang sangat penting tentang karakteristik kristal kuarsa. Dia menemukan potensi manfaat dari kristal kuarsa dan menunjukkan suatu teknologi yang sangat sensitif dengan menunjukkan bahwa pergeseran frekuensi dari kristal yang diamati oleh banyak peneliti sebelumnya adalah proporsional untuk penambahan massa pada kuarsa kristal. Teknologi itu disebut dengan *Quartz Crystal Microbalance (QCM)*, gambar dari sensor QCM dapat dilihat pada gambar 2.1. Itu adalah langkah pertama menuju sebuah alat baru untuk mengukur perubahan yang sangat kecil dari massa kristal kuarsa. Dalam beberapa tahun terakhir, telah tumbuh banyak penggunaan kristal kuarsa sebagai sensor gas untuk identifikasi dari parfum dan aroma (Hadi dkk, 2014).



Gambar 2.1 Sensor QCM

Material seperti kuarsa ini mempunyai sifat unik yaitu mampu menghasilkan tegangan listrik ketika diberi tekanan mekanikal dan juga sebaliknya, berubah bentuk mekanikalnya ketika diberi tegangan listrik. Sifat ini dikenal dengan nama *piezoelectric*. Prinsip *piezoelectric* ini dapat dilihat pada gambar 2.2. Sifat inilah yang dimanfaatkan untuk menghasilkan resonansi listrik-mekanik, sehingga kristal akan bergetar pada frekuensi alami tertentu jika diberi tegangan listrik bolak-balik. Frekuensi alami ini ditentukan oleh potongan dan dimensi keping kristal, yang ditetapkan pada saat pembuatan. Jadi struktur dari sensor QCM adalah sensor yang terbuat dari kristal SiO_2 dan diapit oleh dua elektroda sehingga dapat

menghasilkan potensial listrik sebagai respon terhadap tekanan mekanik yang diberikan (Mekki et al., 2013).



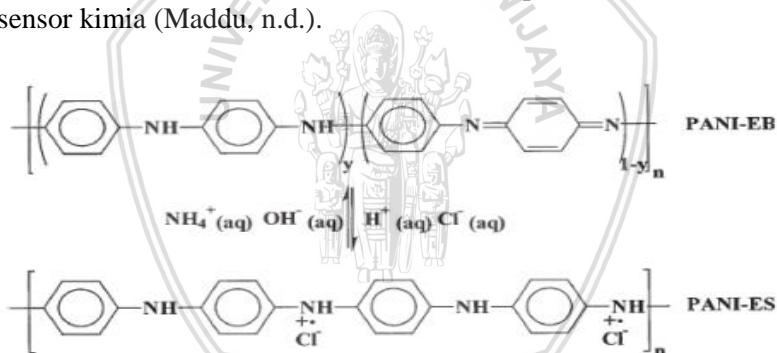
Gambar 2.2 Prinsip piezoelectrik

2.2 Polianilin (PANi)

Polianilin (PANi) adalah polimer yang tersusun dari penggabungan monomer-monomer anilin. Anilin memiliki rumus molekul $C_6H_5NH_2$ yang merupakan salah satu senyawa turunan benzena. PANi memiliki dua gugus berulang, yaitu gugus tereduksi dan gugus teroksidasi, yang mana gugus-gugus tersebut mengandung molekul-molekul berbentuk cincin benzoid dan cincin quinoid yang dihubungkan oleh atom nitrogen melalui ikatan amin ($-NH-$) dan imin ($-N=$). Cincin benzoid bereaksi dengan zat oksidatif dan cincin quinoid bereaksi dengan zat reduktif. Ketika direaksikan dengan zat oksidatif, cincin benzoid berubah menjadi quinoid yang menyebabkan PANi menjadi *berdoping* sehingga meningkatkan konduktivitasnya. Sebaliknya, jika direaksikan dengan gas reduktif, cincin quinoid berubah menjadi benzoid yang menyebabkan PANi menjadi tak *berdoping* dan menjadi lebih resistif (isolator) (Unand & Manis, 2013).

Berdasarkan tingkat oksidasinya, PANi dapat disintesis dalam beberapa bentuk isolatifnya yaitu *leucomeraldine base* (LB) yang tereduksi penuh, *emeraldine base* (EB) yang teroksidasi setengah dan *pernigriline base* (PB) yang teroksidasi penuh. Dari tiga bentuk ini, EB yang paling stabil dan juga paling luas diteliti karena konduktivitasnya dapat diatur dari $10^{-10} \Omega/cm$ hingga $100 \Omega/cm$ melalui proses *doping*, sedangkan bentuk LB dan PB tidak dapat dibuat konduktif. Bentuk EB dapat dibuat konduktif dengan *doping* asam protonik seperti HCl, dimana proton-proton ditambahkan ke gugus-gugus $-N=$, sementara jumlah elektron pada rantai tetap.

Bentuk konduktif dari EB disebut *emeraldine salt* (ES) . Bentuk dasar EB berubah menjadi ES melalui reaksi oksidasi dengan asam-asam protonik seperti HCl, sebaliknya bentuk ES dapat dikembalikan menjadi bentuk EB melalui reaksi reduksi dengan agen reduktan seperti NH_4OH , seperti ditunjukkan pada Gambar 2.3. Kedua proses ini disebut juga proses protonasi-deprotonasi atau *doping-dedoping*. Kedua bentuk *emeraldine* memiliki sifat listrik yang berkebalikan, EB yang isolatif dan ES yang konduktif atau semikonduktif. Derajat konduktivitas *emeraldine* ini bergantung pada tingkat *doping* yang diberikan, yaitu jumlah proton (H^+) yang *didopingkan* ke dalam struktur *emeraldine*. Sifat optiknya juga berbeda untuk kedua bentuk *emeraldine*, yaitu EB berwarna biru sedangkan ES berwarna hijau sehingga karakteristik absorpsi optiknya berbeda. Sifat listrik (konduktivitas) dan optik (indeks bias dan absorpsivitas) *emeraldine* dapat divariasikan melalui reaksi oksidasi reduksi oleh agen-agen oksidan dan reduktan. Karakteristik ini dapat dimanfaatkan untuk sensor kimia (Maddu, n.d.).



Gambar 2.3 Struktur PANi secara umum dalam bentuk basa (Maddu, n.d.).

PANi adalah polimer yang bersifat polar. Jika ditinjau dari gugus fungsi $\text{C}=\text{C}$ atau yang lebih dikenal dengan cincin aromatik, gugus fungsi $\text{C}=\text{C}$ yang muncul pada PANi memiliki ikatan rangkap. Ikatan rangkap ini terkonjugasi dengan ikatan $\text{C}-\text{H}$, $\text{N}-\text{H}$, $\text{C}-\text{N}$ pada PANi yang membuat PANi bersifat polar. PANi yang bersifat polar ini bagus untuk digunakan sebagai lapisan fungsional. Lapisan fungsional dari PANi ini dapat diaplikasikan pada sensor QCM. Aplikasinya antara lain sebagai sensor gas aroma. Sensor gas aroma

dari polimer dengan sifat polar menunjukkan sensitivitas yang baik terhadap uap senyawa organik dan dapat digunakan pada suhu ruang. Karena suhu operasinya rendah mengakibatkan sensor gas tersebut sangat sensitif terhadap kelembaban. Selain dikarenakan suhu ruang, sensor gas ini juga dapat disebabkan oleh penambahan massa dari PANi yang bersifat polar sehingga terjadi perubahan frekuensi yang tinggi (Dharmawan dkk, 2014).

2.3 Plasma

Plasma adalah sebagian gas yang terionisasi yang dihasilkan dari pemberian medan listrik pada suatu gas pada sedikitnya kondisi vakum (tekanan rendah). Untuk keperluan teknik, plasma dihasilkan dengan mengalirkan gas pada tabung (*chamber*) vakum dan memberikan medan elektromagnetik. Sebagai hasilnya, plasma terdiri atas ion-ion, elektron bebas, radikal bebas, spesies yang tereksitasi, foton, dan netral. Ketika gas terionisasi pada cara ini, elektron dan ion akan mengalami gaya yang sama dan dipercepat, sehingga memungkinkan terjadi tumbukan antara partikel ini dan saling transfer energi kinetik. Ketika terjadi tumbukan, partikel yang bermassa ringan (elektron) akan memiliki kecepatan yang besar dibanding ion. Radikal pada kasus ini terbentuk melalui interaksi dari partikel bermuatan yang reaksinya berbeda bergantung pada jenis gas dan molekul pada permukaan substrat. Untuk membentuk karakteristik permukaan yang diinginkan diperlukan perlakuan permukaan bahan dengan gas yang spesifik. Pada kasus perlakuan pada permukaan polimer, gas yang paling umum digunakan yaitu gas oksigen. Reaksi yang terjadi salah satunya yaitu oksidasi, dimana terjadi absorpsi atom atau molekul oksigen oleh lapisan teratas kulit atom dari bahan polimer sehingga meningkatkan jumlah daerah fungsional polar pada permukaan substrat. Hasilnya akan meningkatkan energi permukaan dan menjadikan permukaan yang hidrofilik (kebasahan) (Shah dkk, 2011).

Plasma dapat disebut sebagai elemen fasa keempat di alam setelah fasa padatan, cairan dan fasa gas. Berbeda dengan fasa gas yang bersifat normal, plasma berisi gas dimana komponen nukleus atom (ion) dan elektron telah terpisah karena energi yang diterima dan memiliki sifat reaktif. Plasma dapat terbentuk secara alamiah seperti yang terjadi pada matahari atau pada elemen bintang-bintang

di angkasa. Plasma juga dapat terbentuk dengan cara memberikan energi tinggi ke dalam medium gas yang membuat gas tersebut mengalami proses disosiasi dan proses ionisasi. Tergantung dari jumlah energi ditransfer, kedua proses tersebut akan mengakibatkan transformasi gas netral menjadi partikel-partikel atau ion-ion yang bermuatan negatif dan positif yang sangat reaktif, baik secara sebagian ataupun bertransformasi secara menyeluruh. Berdasarkan temperaturnya, plasma dapat dikategorikan menjadi plasma bertemperatur tinggi (*thermal/equilibrium plasma*) dan plasma bertemperatur rendah (*cold plasma/non equilibrium*) (Goktas dkk, 2013).

Hingga kini, teknologi plasma yang dipakai dalam dunia industri, terutama *microelectronics*, adalah dengan memanfaatkan proses plasma dingin yang dilakukan dengan menghantarkan energi listrik diantara dua elektroda pada tekanan 10 sampai 1000 Pascal (Pa), jauh lebih rendah dari tekanan atmosferik yang 101325 Pa. Plasma inilah yang disebut dengan plasma pada tekanan rendah (*low pressure plasma*) dan yang menjadi riset fundamental bagi perkembangan teknologi plasma. Walaupun plasma dingin pada tekanan rendah memiliki sifat proses yang tidak dapat kontinyu dan sistem vakum yang mahal. Oleh karena itu untuk menanggulangi permasalahan tersebut, fokus riset ditujukan pada pengembangan teknik plasma dingin (temperatur rendah) yang dapat dibangkitkan pada tekanan atmosferik sehingga mampu menyediakan sistem yang lebih efektif (Shah et al., 2011).

Modifikasi karakteristik permukaan material dengan teknik plasma meliputi adanya interaksi kuat antara reaktif spesies, elektron dan ion-ion yang terbentuk di dalam plasma dengan permukaan material tersebut. Ada dua hal atau proses yang akan terjadi karena adanya interaksi material dengan plasma, yaitu: proses aktivasi plasma, dimana biasanya plasma yang ditimbulkan tanpa melibatkan gas kerja yang dapat membentuk polimer seperti gas argon, oksigen, nitrogen dan lain-lain. Plasma oksigen digunakan untuk mengetahui adanya reaksi antara O_2 dengan PANi. Hasil dari modifikasi plasma biasanya berupa berupa terbentuknya lapisan tipis (*thin film solid*) pada permukaan material. Kedua tipikal proses plasma yang disebut diatas adalah proses yang melibatkan plasma dengan tujuan tertentu untuk mengubah sifat permukaan material tanpa mengubah

karakteristik *bulk* nya, termasuk sifat mekanik dari material tersebut (Jang, 2011).

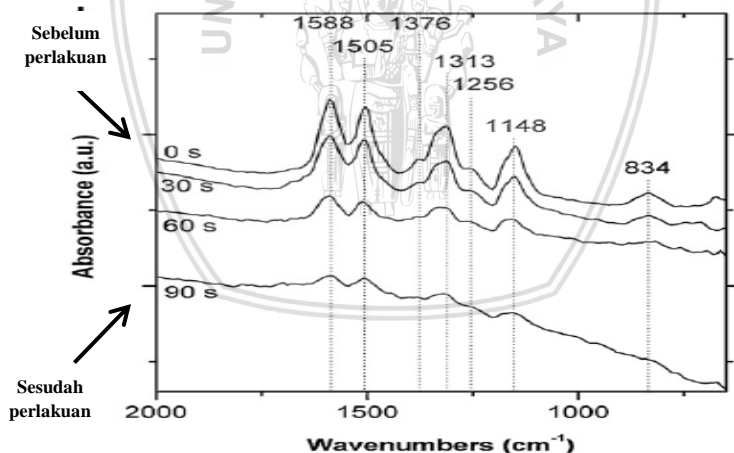
2.4 Pengaruh Plasma Oksigen Terhadap Gugus Fungsi PANi

Selama proses perlakuan plasma, energi atom oksigen memecah ikatan kimia dan mengikat ke daerah permukaan polimer. Disini digunakan reaktor plasma untuk mengetahui perubahan morfologi yang diinduksi ke permukaan PANi oleh plasma oksigen. Gambar 2.4 menunjukkan spektrum plasma dari lapisan tipis PANi yang ditumbuhkan pada QCM. Tahapan perlakuan plasma dapat dibedakan sesuai dengan elemen rasio. Dari awal perlakuan sampai 90 detik, perubahan diinduksikan pada lapisan tipis yang terlihat dalam spektrum plasma. Rasio oksigen yang ditingkatkan pada bagian yang PANi yang teroksidasi (Kunzo et al., 2012).

Saat diberi perlakuan plasma, lapisan pada permukaan yang dideposisi PANi, ketebalan lapisan tipis dari PANi terus menurun dan oksigen menembus lebih lama ke dalam lapisan tipis. Lapisan tipis PANi menjadi cukup tipis sehingga memungkinkan fotoelektron dari elektroda perak untuk dideteksi oleh reaktor plasma. Klorin berhubungan dengan keadaan protonasi dari PANi yang didekontaminasi HCl dan muncul dalam spektrum setelah diberi perlakuan plasma sampai 120 detik. Rasio teroksidasi spesies karbon (C-O, C=O dan COOH) ditingkatkan sebagai permukaan lapisan tipis PANi menjadi teroksidasi. Sehingga, dapat disimpulkan bahwa semakin meningkat rasio kelompok yang mengandung oksigen yang digerakkan oleh plasma oksigen menyebabkan hidrofilisitas permukaan yang meningkat dari berbagai polimer, itu diusulkan oleh (Phukan, Mishra, Saikia, & Chakraborty, 2010).

Hasil dari spektra inframerah FTIR dari film tipis PANi ditunjukkan pada gambar 2.4. lapisan film tipis PANi sebelum diberi perlakuan plasma menentukan spektrum khas untuk PANi *emeraldine base*. Spektrum mengandung karakteristik luas pita serapan pada bilangan gelombang lebih besar dari 2000 cm^{-1} . Pita maksimum ini berada di luar rentang pengukuran pertengahan IR panjang gelombang. Ujung resapan ini menunjukkan bentuk konduksi PANi dan berhubungan dengan polaron yang ada dalam polimer. Kemiringan spektrum selama 2000 cm^{-1} rata sebagai sampel dirawat oleh plasma oksigen. Pengamatan ini sesuai dengan hasil

perlakuan plasma, yang mengkonfirmasi degradasi PANi di permukaan lapisan tipis. Beberapa puncak serapan dapat dilihat di 3500-2800 cm^{-1} . Intensitas puncak H permukaan PANi dengan paparan plasma dan puncak hampir menghilang untuk perlakuan lebih dari 90 detik. Bagian utama dari spektrum FTIR terletak di bawah 2000 cm^{-1} (gambar 2.4). Dua puncak utama pada 1588 dan 1505 cm^{-1} disebut quinoid dan deformasi cincin benzoid, masing-masing. Pita pada 1376 cm^{-1} memiliki kelemahan C-N peregangan di lingkungan cincin quinoid. Elektron terdelokalisasi atas tulang punggung polimer terletak di 1313 cm^{-1} dan 1256 cm^{-1} berhubungan dengan vibrasi C-N⁺* amina aromatik sekunder. Dua puncak ini pada 1313 cm^{-1} dan 1256 cm^{-1} adalah karakteristik untuk PANi, dan intensitasnya meningkat dengan derajat protonasi. Pita-pita berada sekitar 1148 cm^{-1} dan 830 cm^{-1} milik C-H dan deformasi pada cincin aromatik. Puncak ini dapat dipertimbangkan sebagai ukuran delokalisasi elektron yang berpartisipasi dalam konduktivitas polimer (Kunzo et al., 2012).



Gambar 2.4 Spektra FTIR lapisan tipis PANi sebelum dan sesudah perlakuan plasma dengan waktu yang berbeda (Kunzo et al., 2012)

2.5 Sudut Kontak (*Contact Angle*)

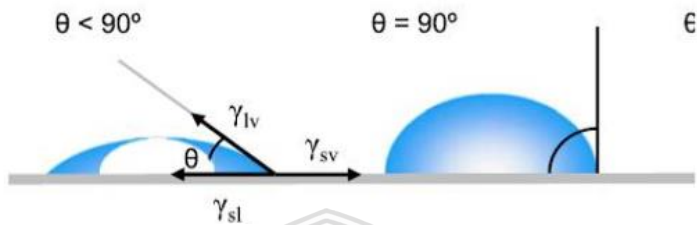
Sudut kontak (*Contact Angle*) merupakan sudut yang dibentuk antara permukaan material uji dengan cairan yang ditetaskan ke permukaan material uji tersebut. Sudut kontak berkaitan erat dengan karakteristik permukaan suatu bahan yaitu sifat menyerap air (*hydrophilic*) atau sifat menolak air (*hydrophobic*). Karakteristik pengukuran sudut kontak bersifat tidak merusak bahan uji dan tidak banyak merubah karakteristik kimia dan fisika pada bahan (Irawati et al., 2013)

Sudut Kontak (*Contact Angle*) dapat ditentukan dengan berapa besarnya kekuatan tegangan permukaan pada area yang bersentuhan (cairan dengan benda lain) dan perbedaan *ion* dan struktur dari masing – masing zat yang berkontak. Tegangan permukaan menghasilkan gaya kohesi dan adhesi, gaya kohesi adalah sifat tarik menarik antar molekul pada cairan bersangkutan, sedangkan adhesi adalah gaya tarik menarik cairan terhadap benda disekitarnya (Yuan & Lee, 2013).

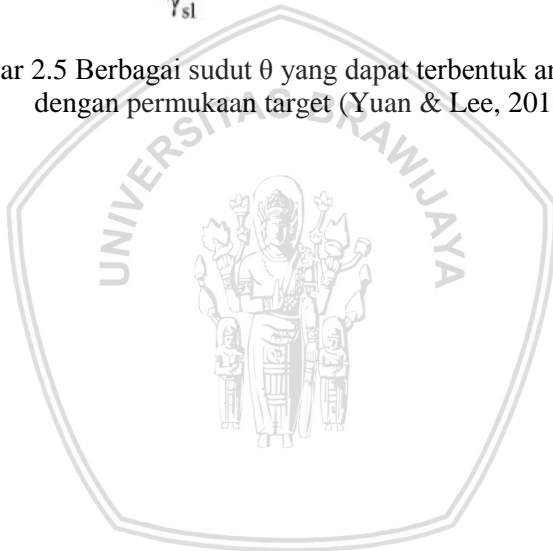
Pengukuran sudut kontak dari suatu permukaan material uji akan memberikan informasi mengenai sifat permukaan dari material yang di uji, apakah bersifat hidrofobik atau hidrofilik. Seperti yang ditunjukkan oleh gambar 2.5, suatu material yang permukaannya mempunyai sudut kontak dari 90° maka material tersebut bersifat hidrofilik, dan apabila sudut kontaknya lebih dari 90° dapat dikatakan bahwa material tersebut bersifat hidrofobik. Dalam menentukan sudut kontak, erat kaitannya dengan besarnya tegangan yang terjadi pada antar permukaannya (*interfacial*), dimana hal ini berkaitan dengan persamaan Young:

$$\gamma_{LV} \cos \theta_0 = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \dots \dots \dots (2.1)$$

θ_0 merupakan sudut kontak yang terbentuk pada keadaan setimbang, γ_{LV} menunjukkan energy bebas (*free energy*) antar permukaan, γ_{SV} menunjukkan tegangan permukaan yang terjadi antara permukaan sampel (*solid*) dengan cairan (*liquid*) yang ditetaskan, dan γ_{SL} menunjukkan tegangan permukaan yang terjadi antara cairan (*liquid*) yang ditetaskan dengan permukaan sampel (*solid*) (Yuan & Lee, 2013).



Gambar 2.5 Berbagai sudut θ yang dapat terbentuk antara liquid dengan permukaan target (Yuan & Lee, 2013)



[HALAMAN INI SENGAJA DIKOSONGKAN]





BAB III METODE PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Waktu pembuatan sampel dilakukan pada bulan November 2017 sampai Mei 2018.

Preparasi sampel dilakukan di Laboratorium Fisika Material dan Laboratorium Biofisika Jurusan Fisika Universitas Brawijaya.

3.2 Peralatan dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Botol Sampel, Corong, Neraca Digital, Pipet Tetes, *Spin Coater*, TMS (*Topography Measurement System*)-1200, Oven, Gelas Ukur, Gelas kimia, Gelas Beaker, Spatula, Kertas Saring, *Stopwatch*, Cawan Petri, *magnetic stirrer*, *ultrasonic cleaner*, Perangkat RF-DC Plasma yang terdiri dari ruang vakum (*vacuum chamber*), Lubang Venn, RF (*Radio Frequency*), *Vacuum Gauge Control*, *Voltage Regulator*, *Vacuum Pump*, *Flowmeter*, Selang Gas, Tabung Gas, dan *Contact Angle Measurement System (Device dan Software)*.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu, *Quartz Cryztal Microbalance*, Aquades, NMP (C_5H_9NO), Monomer Anilin Pro Analisis (PA), Aseton Pro Analisis (PA), APS Pro Analisis (PA), HCL Pro Analisis (PA), dan aluminium foil.

3.3 Prosedur Penelitian

Pada penelitian ini dilakukan beberapa tahapan yaitu :

1. Persiapan alat dan bahan
2. Sintesis PANi dengan metode polimerisasi-oksidasi
3. Pengukuran Sudut Kontak sebelum dideposisi lapisan tipis PANi dengan *Contact Angle Measurement*
4. Deposisi lapisan tipis PANi pada permukaan QCM dengan teknik *spin coating*
5. Karakterisasi QCM dengan Mikroskop Optik dan TMS-1200
6. Pengukuran sudut kontak sesudah dideposisi lapisan tipis PANi dengan *Contact Angle Measurement*
7. Modifikasi lapisan tipis PANi dengan plasma oksigen
8. Karakterisasi QCM dengan Mikroskop Optik dan TMS-1200
9. Pengukuran sudut kontak sesudah perlakuan plasma oksigen

10. Analisa Hasil
11. Selesai

3.3.1 Persiapan alat dan bahan

Sebelum melakukan penelitian, langkah – langkah yang perlu dilakukan adalah menyiapkan alat dan bahan yang akan digunakan. Pada penelitian ini peralatan yang digunakan memiliki fungsi masing – masing yaitu gelas ukur digunakan untuk mengukur banyaknya larutan. Botol sampel digunakan sebagai tempat serbuk PANi. Neraca digital digunakan sebagai alat bantu untuk mengukur berat APS padat. Spatula digunakan untuk mengaduk larutan agar larutan menjadi homogen. Corong digunakan untuk menyaring larutan, agar dihasilkan serbuk yang melekat di kertas saring. Oven digunakan untuk mengeringkan serbuk PANi. Pipet tetes digunakan sebagai alat bantu untuk meneteskan larutan. *Impedance analyzer* digunakan untuk mengetahui nilai impedansi dari QCM sehingga diketahui sifat viskoelastisnya. *Spin Coater* merupakan alat yang digunakan untuk melapiskan PANi diatas permukaan QCM. Karakterisasi sampel menggunakan uji FTIR. *Topography Measurement System* digunakan untuk mengukur kekasaran permukaan QCM yang telah dideposisi lapisan tipis PANi menggunakan metode *spin coating*. Plasma RF digunakan untuk memberi perlakuan plasma pada QCM.

3.3.2 Sintesis PANi dengan metode polimerisasi-oksidasi

Langkah-langkah yang dilakukan untuk mensintesis PANi dengan metode polimerisasi-oksidasi menggunakan pelarut HCl adalah sebagai berikut:

Pada penelitian ini akan disintesis anilin sebagai bahan dasar pembuatan PANi. PANi yang digunakan dalam bentuk serbuk, untuk dihasilkan PANi dalam bentuk serbuk diperoleh dengan cara mensintesis PANi menggunakan metode polimerisasi oksidasi menggunakan pelarut HCL. Langkah langkah untuk mensintesis PANi adalah membuat 50ml larutan HCl 2 M dan disiapkan anilin (PA) 1,82 ml di gelas ukur kemudian mencampurkan larutan HCl 2 M dengan anilin 1,82 ml anilin (PA) kedalam gelas kimia dan diaduk sampai homogen kemudian didiamkan selama 1 jam, selanjutnya disiapkan 50 ml aquades di gelas ukur dan APS 5,71 gram. Setelah itu APS dan aquades dicampurkan ke dalam gelas kimia dan diaduk sampai homogen kemudian didiamkan selama 1 jam. Setelah

didiamkan selama 1 jam, larutan APS dengan 50 ml aquades dicampurkan dengan larutan HCl 2 M dan anilin yang telah didiamkan selama 1 jam kemudian dimasukkan ke gelas kimia, dan diaduk menggunakan *magnetic stirer* selama 1 jam dengan kecepatan 1500rpm sampai warna larutan berwarna ungu sehingga terbentuk *emeraldine base*. Setelah larutan terbentuk *emeraldine base* larutan dicuci dan disaring menggunakan 100 ml HCl 0,2 M dan dicuci lagi menggunakan Aseton (PA) 100 ml kemudian disaring menggunakan kertas saring. Setelah endapan PANi yang didapatkan dari hasil penyaringan dikeringkan didalam oven selama 5 jam dengan suhu 60°. Setelah proses pengeringan selesai, diperoleh serbuk PANi yang siap untuk dikarakterisasi menggunakan uji FTIR dan dideposisi dengan metode *spin coating*.

3.3.3 Deposisi Lapisan Tipis PANi pada permukaan QCM dengan Teknik Spin Coating

Langkah-langkah yang dilakukan untuk proses deposisi lapisan tipis PANi dengan teknik spin coating adalah :

Preparasi larutan PANi diawali dengan mencampurkan bahan PANi dengan konsentrasi 1% (sebanyak 0.0515 gr PANi ditambah dengan 5 mL NMP (C_5H_9NO) ke dalam sebuah beaker glass (gelas beaker) yang berukuran 10 mL. Selanjutnya larutan tersebut dihomogenkan menggunakan *magnetic stirer* selama 2jam dan *ultrasonic cleaner* selama 4 jam.

Larutan PANi yang sudah homogen kemudian dideposisikan di atas QCM (*Quartz Crystal Microbalance*). Disiapkan dan diletakkan di atas holder pada *spin coater*. Selanjutnya, larutan PANi yang sudah homogen diteteskan dengan menggunakan mikro pipet di atas permukaan QCM (*Quartz Crystal Microbalance*) dan diputar dengan kecepatan 4000 rpm selama 60 detik. Setelah selesai sampel dipanaskan pada temperatur 100 °C dalam waktu 7 menit.

3.3.4 Karakterisasi QCM Sebelum Perlakuan Plasma

3.3.4.1 Pengamatan QCM menggunakan Mikroskop Optik

QCM yang telah dideposisi dan belum diberi perlakuan plasma akan diamati menggunakan mikroskop optik. Pengamatan mikroskop optik ini dilakukan untuk mengamati morfologi lapisan tipis PANi yang telah dideposisikan pada QCM dan belum diberi perlakuan plasma. Secara kasat mata tampak bahwa lapisan tipis yang ditumbuhkan rapi, akan tetapi belum tentu secara mikroskopis diperoleh lapisan yang terlapis secara menyeluruh. Untuk itu perlu dilakukan pengamatan menggunakan mikroskop optik. Pengukuran menggunakan mikroskop optik ini dilakukan pada 3 titik dengan 3 kali pengulangan pengukuran. Langkah – langkah pengukuran yaitu QCM diletakkan diatas meja uji dengan mengarahkan sinar menuju perbatasan kemudian dilakukan proses *scanning* dengan perbesaran 100x. Perbesaran 100x ini bertujuan untuk memperoleh lapang pandang yang lebih luas. Sehingga dapat melihat baik tidaknya lapisan tipis yang dideposisikan.

3.3.4.2 Pengukuran Kekasaran Sampel dengan TMS-1200

Kekasaran pada permukaan setelah dideposisi dan sebelum diberi perlakuan plasma diukur menggunakan TMS-1200 Polytech, dengan bantuan software “TMS3.2”. Pada saat pengukuran kekasaran, QCM dikondisikan agar mendapatkan paparan TMS yang merata, hal itu dilakukan dengan memutar pemutar penyangga holder QCM. Paparan yang merata ditandai dengan banyaknya warna merah yang ditunjukkan pada monitor. Setelah mendapatkan pemaparan yang merata, kemudian dilakukan *scanning* terlebih dahulu. Dengan cara mengklik menu *definite zero*, dan memulai *scan* sampai warna merah hilang. Selanjutnya setelah proses *scanning* selesai gambar dari penampang QCM yang akan diukur tingkat kekasarannya sudah siap diolah sesuai keinginan. Untuk mencari nilai dari tingkat kekasaran permukaan, diulangi pada 3 titik yang berbeda dan dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali pengambilan data.

3.3.4.3 Pengukuran Sudut Kontak

Karakterisasi yang terakhir yang perlu dilakukan adalah mengetahui tingkat kebasahan pada permukaan QCM. Dengan cara mengukur besarnya sudut kontak antara permukaan QCM dengan aquades menggunakan *Contact Angle Measurements*. Volume

aquades yang ditetaskan pada bagian elektroda QCM sebanyak 15 μL , dengan menggunakan mikropipet. Kemudian motor penggerak dan lampu penerang diatur sesuai dengan keinginan agar didapat citra tetesan air yang jelas dan lurus pada monitor. Setelah didapat hasil citra pada monitor, *file* citra di *export* pada *software* “*Contact Angle Measurements*”. Pengukuran dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan untuk setiap QCM. Hasil pengukuran yang baik akan ditandai dengan selisih sudut kontak kanan dan kiri yang tidak lebih dari 1° .

3.4 Modifikasi Lapisan Tipis PANi dengan Plasma Oksigen

Langkah-langkah yang dilakukan untuk proses Modifikasi lapisan tipis PANi dengan teknologi plasma adalah:

Perlakuan plasma oksigen pada substrat QCM yang telah dideposisikan lapisan tipis PANi menggunakan perangkat RF-DC Plasma. Variasi daya yang digunakan yaitu 24W, 30W, 42W. Parameter lainnya yang tetap yaitu laju alir 50 ml/menit, tekanan 40 Pa, waktu perlakuan 1 menit. Perlakuan diawali dengan membersihkan *chamber* atau ruang vakum dan mengecek kelistrikan perangkat. Sampel dimasukkan dalam *chamber* dengan holder khusus QCM dan diatur posisinya. *Chamber* ditutup dengan pengunci yang dikunci secara bersamaan kanan dan kirinya agar penutupan simetris (tidak bocor). Lubang ven dipastikan tertutup agar saat pengkondisian vakum tidak ada udara yang masuk *chamber*. Setelah *chamber* tertutup, pompa udara dinyalakan agar tekanan udara/gas dalam *chamber* menurun karena perlakuan plasma oksigen membutuhkan kondisi yang homogen (hanya gas oksigen yang dialirkan). Nilai tekanan dalam *chamber* dapat dibaca melalui *vacuum gauge control* hingga 3 Pa (seminimal mungkin). Setelah tekanan 3 Pa dicapai, gas oksigen dialirkan sesuai parameter laju alir hingga tekanan 40 Pa, sehingga di dalam *chamber* diasumsikan hanya ada gas oksigen. Tegangan RF diatur sesuai parameter dan diharapkan plasma menyala putih yaitu menandakan *glow discharge* dari gas oksigen. Setelah itu generator dinyalakan dan diatur pada daya 24W. Proses pemaparan dengan plasma oksigen dilakukan selama 1 menit. Kemudian, secara bertahap reaktor plasma dimatikan. Setelah selesai, semua tahapan tersebut diulangi dengan variasi daya 30W dan 42W.

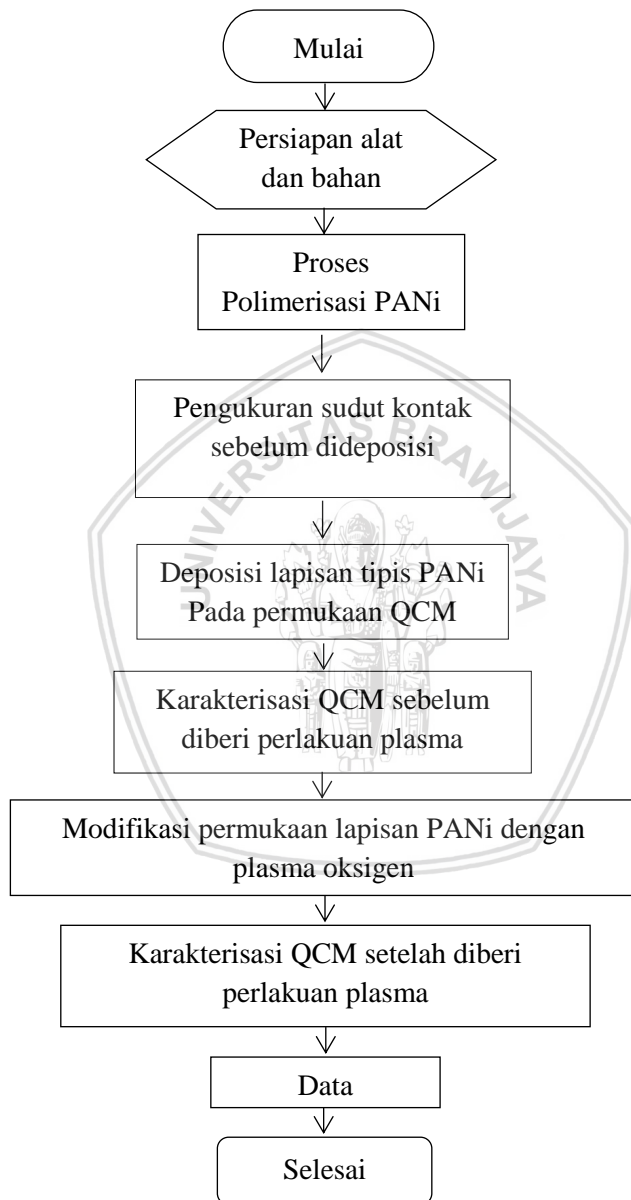
3.4.1 Karakterisasi QCM Sesudah Perlakuan Plasma Oksigen

Setelah dilakukan modifikasi menggunakan plasma oksigen, kemudian QCM dikarakterisasi dengan tujuan untuk mengetahui perubahan yang terjadi. Hasil karakterisasi ini selanjutnya dibandingkan dengan kondisi awal QCM sebelum diberi perlakuan plasma. Karakterisasi yang dilakukan sama seperti sebelumnya, yaitu pengamatan morfologi menggunakan mikroskop optik, pengukuran kekasaran menggunakan TMS-1200, dan pengukuran sudut kontak.

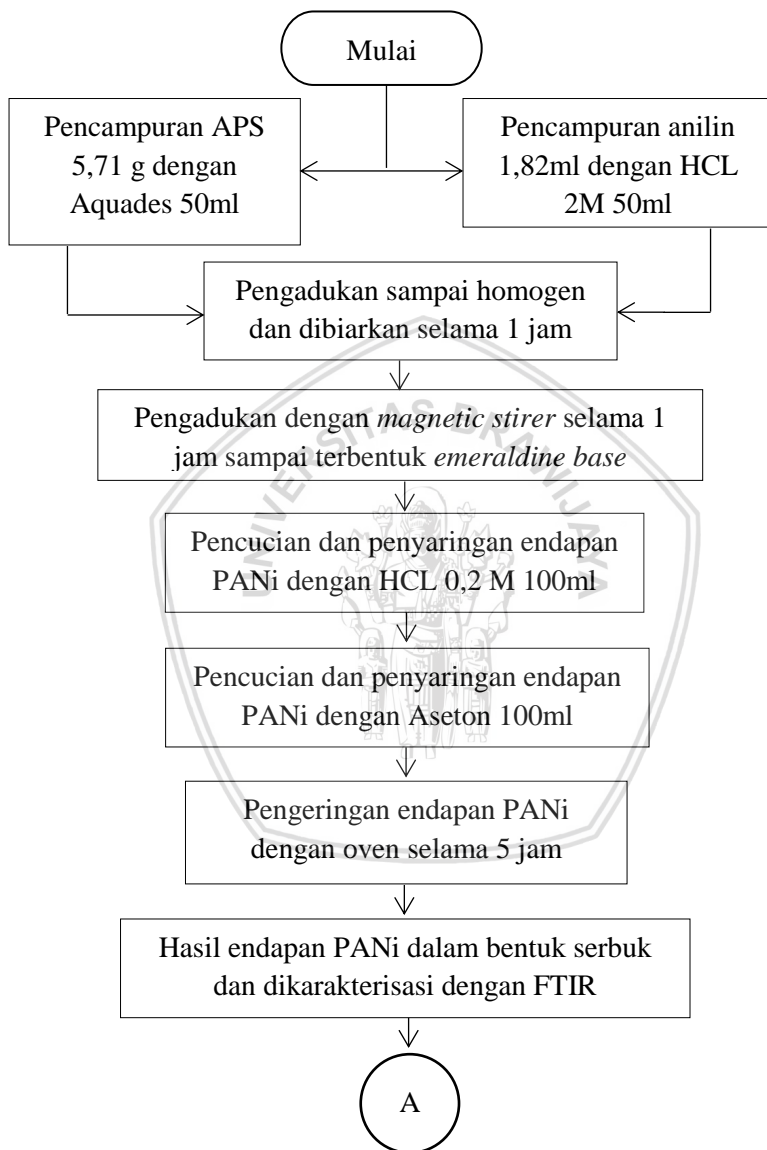


3.5 Diagram Alir

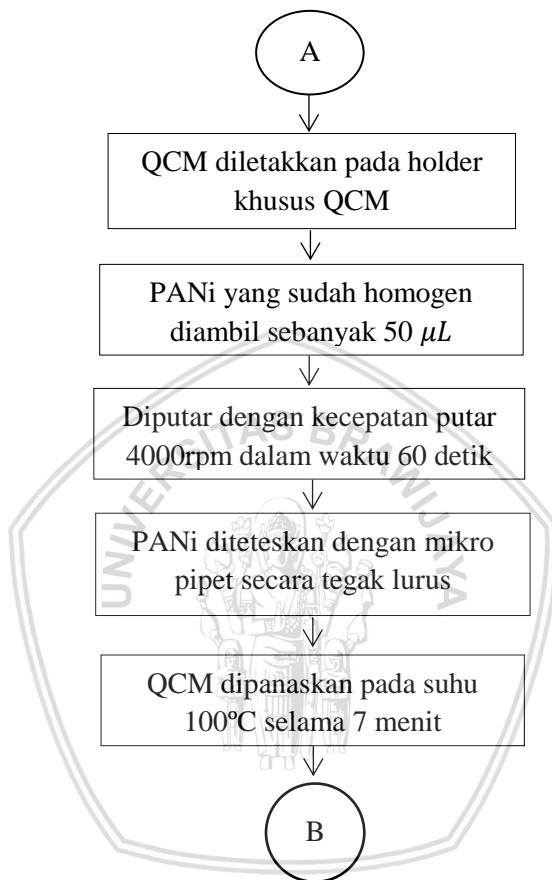
3.5.1 Diagram alir penelitian



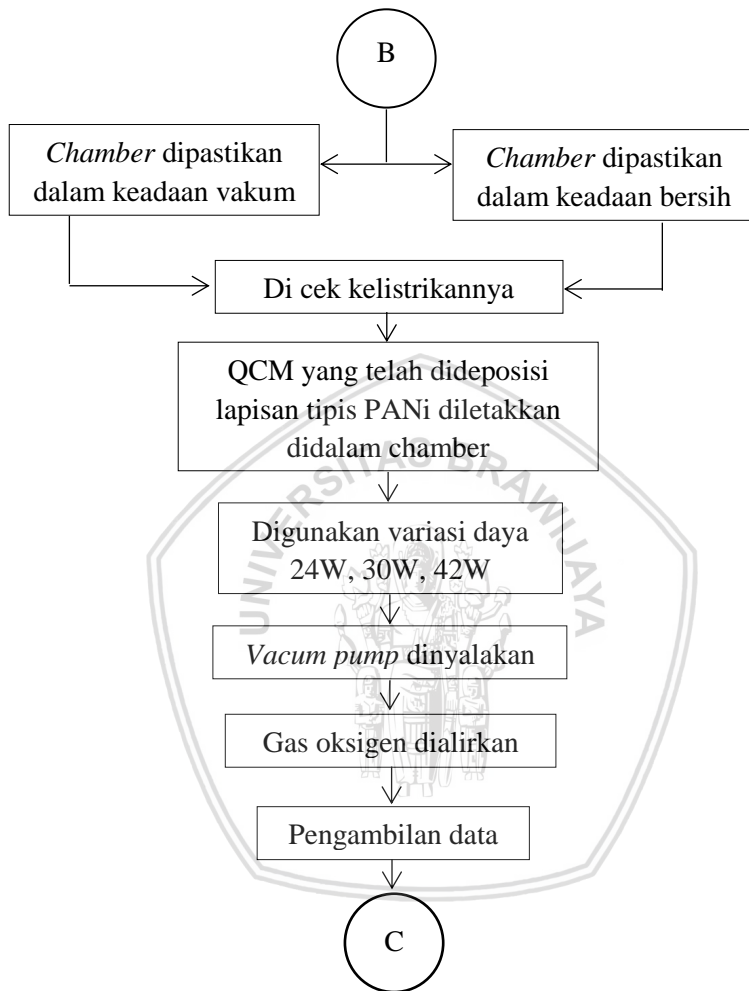
3.5.2 Diagram Alir Sintesis PANi dengan metode Polimerisasi-Oksidasi



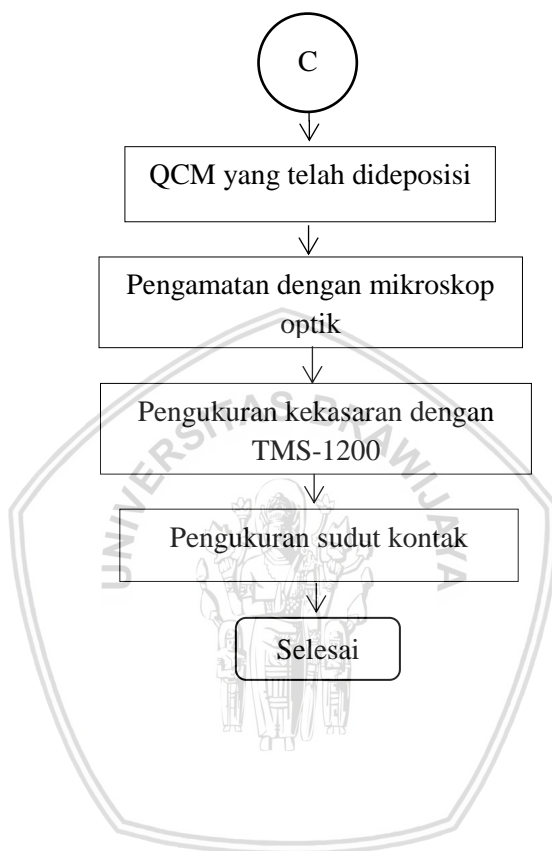
3.5.3 Diagram Alir Spin coating



3.5.4 Diagram Alir Modifikasi dengan teknologi plasma



3.5.5 Karakterisasi QCM Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma



[HALAMAN INI SENGAJA DIKOSONGKAN]

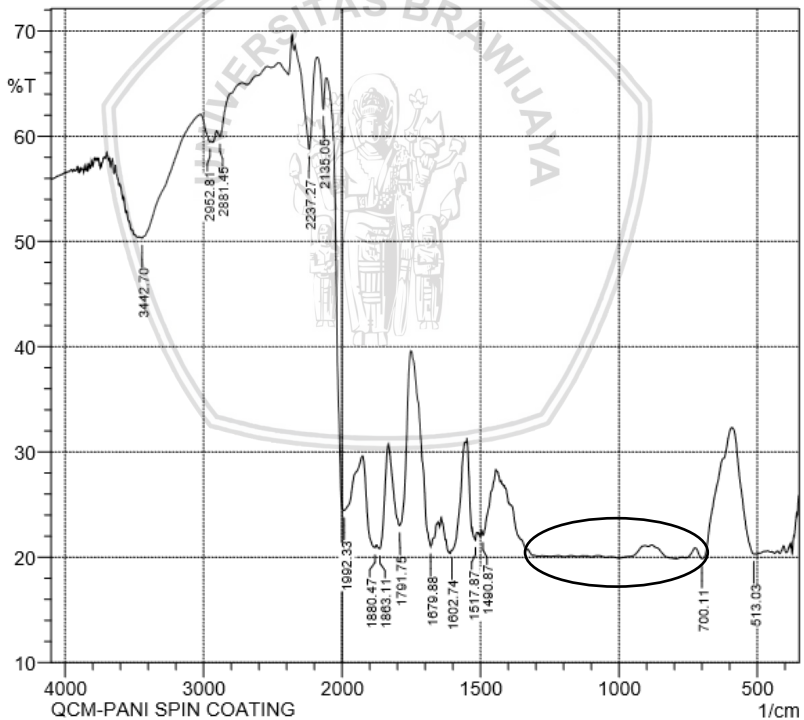




BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Karakterisasi Gugus Fungsi PANi Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma Oksigen

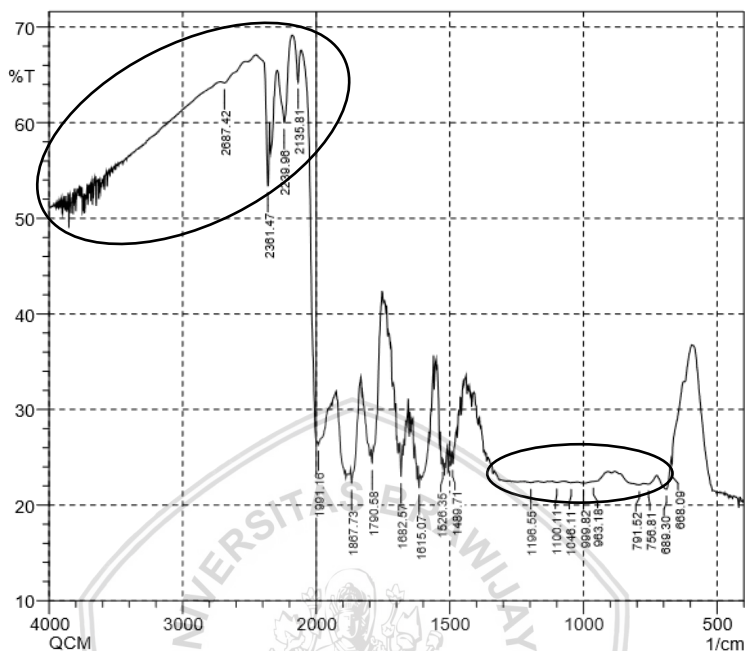
Hasil dari spektra inframerah FTIR dari lapisan tipis PANi sebelum diberi perlakuan plasma ditunjukkan pada Gambar 4.1. Lapisan tipis PANi sebelum diberi perlakuan plasma menentukan spektrum khas untuk PANi *emeraldine salt*. Spektrum mengandung karakteristik luas pita serapan pada bilangan lebih besar dari 2000 cm^{-1} . Pita maksimum ini berada di luar rentang pengukuran pertengahan panjang gelombang IR. Puncak resapan ini menunjukkan bentuk konduksi PANi dan berhubungan dengan polaron yang ada dalam polimer.



Gambar 4.1 Spektrum FTIR lapisan tipis PANi sebelum perlakuan plasma

Berdasarkan hasil pengujian spektrum FTIR diatas, puncak utama PANi/NMP yaitu pada bilangan gelombang antara 500 cm^{-1} sampai 2000 cm^{-1} . Ikatan yang terbentuk pada puncak $1490,87\text{ cm}^{-1}$ dan $1517,87\text{ cm}^{-1}$ yaitu $\text{C}=\text{N}$. Ikatan yang terbentuk pada daerah $1679,88\text{ cm}^{-1}$ dan $1791,75\text{ cm}^{-1}$ adalah ikatan $\text{C}=\text{O}$ atau biasa disebut dengan ikatan rangkap karbon-oksigen. Pada puncak $1602,74\text{ cm}^{-1}$ terbentuk ikatan $\text{C}-\text{C}$. Dan pada bilangan gelombang sekitar 800 cm^{-1} - 1400 cm^{-1} puncak serapan tidak terdeteksi oleh FTIR. Kekosongan puncak yang dimulai dari 800 cm^{-1} sampai 1400 cm^{-1} dapat dikarenakan adanya interaksi antara lapisan PANi/NMP dengan permukaan QCM. Interaksi yang terjadi memungkinkan ikatan yang telah terbentuk sebelumnya berubah menjadi non polar ketika berinteraksi dengan permukaan QCM, sehingga tidak dapat terbaca pada grafik FTIR. Selain itu, kekosongan puncak itu sendiri dapat terjadi karena spektrum absorpsi pada QCM itu sendiri. Spektrum absorpsi QCM berada pada puncak 1000 cm^{-1} sampai 1100 cm^{-1} .

Hasil dari spektra inframerah FTIR dari lapisan tipis PANi sesudah diberi perlakuan plasma ditunjukkan pada Gambar 4.2. Sesuai dengan pendapat Kunzo et al., (2012), bahwa lapisan tipis PANi sesudah diberi perlakuan plasma memiliki kemiringan spektrum pada puncak $2687,42\text{ cm}^{-1}$ sampai 4000 cm^{-1} . Pengamatan ini menunjukkan pengurangan konduktivitas dari lapisan tipis PANi.



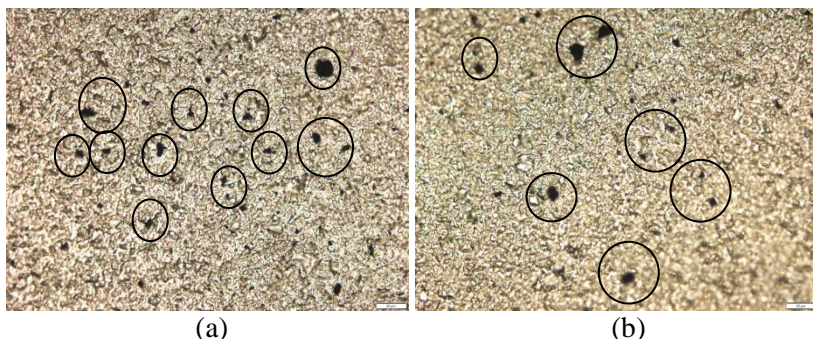
Gambar 4.2 Spektrum FTIR lapisan tipis PANi sesudah perlakuan plasma

Pada penelitian ini diketahui bahwa perlakuan plasma dapat mengubah dan meningkatkan sifat permukaan polimer. Perbedaan beberapa puncak serapan sebelum perlakuan dan sesudah perlakuan dapat dilihat pada rentang 2800 cm^{-1} sampai 3500 cm^{-1} . Sebelum perlakuan muncul puncak pada bilangan gelombang $3442,70\text{ cm}^{-1}$. Namun setelah perlakuan plasma puncak pada bilangan gelombang $3442,70\text{ cm}^{-1}$ tersebut menghilang. Gugus fungsi yang terbentuk pada bilangan gelombang $3442,70\text{ cm}^{-1}$ itu adalah N-H amina. Hilangnya puncak tersebut terjadi karena adanya interaksi antara PANI/NMP dengan oksigen. Pada bilangan gelombang $2687,42\text{ cm}^{-1}$ ikatan yang terbentuk adalah O-H atau biasa disebut dengan ikatan oksigen-hidrogen. Pada perlakuan plasma selama 60 detik terdapat penurunan intensitas. Penurunan intensitas pada puncak tersebut disebabkan oleh deprotonasi parsial PANi dengan plasma oksigen. Penurunan puncak juga dapat disebabkan dari hasil pengikatan rantai oksidatif PANi. Bagian utama dari spektrum FTIR terletak di bawah

bilangan gelombang 2000 cm^{-1} (gambar 4.2). Pita-pita yang berada sekitar $1196.55\text{ cm}^{-1} - 963.18\text{ cm}^{-1}$ adalah ikatan C-H (dimana hidrogen tersebut menempel pada karbon yang mempunyai ikatan tunggal dengan unsur-unsur lainnya) dan deformasi pada cincin aromatik. Puncak ini dapat dipertimbangkan sebagai ukuran delokalisasi elektron yang berpartisipasi dalam konduktivitas polimer. Elektron terdelokalisasi di $1615,07\text{ cm}^{-1}$. Dan pada bilangan gelombang $1682,57\text{ cm}^{-1}$ berhubungan dengan vibrasi C-N⁺* amina aromatik sekunder. Dua puncak ini ($1615,07\text{ cm}^{-1}$ dan $1682,57\text{ cm}^{-1}$) adalah karakteristik untuk PANi, dan intensitasnya meningkat dengan derajat protonasi. Pada puncak 1790.58 cm^{-1} ikatan yang terbentuk adalah C-N, puncak ini mengalami penurunan peregangan di daerah cincin quinoid. Selanjutnya muncul puncak pada bilangan gelombang $1867,73\text{ cm}^{-1}$ dan $1991,16\text{ cm}^{-1}$ masing-masing sebagai quinoid dan deformasi cincin benzoid.

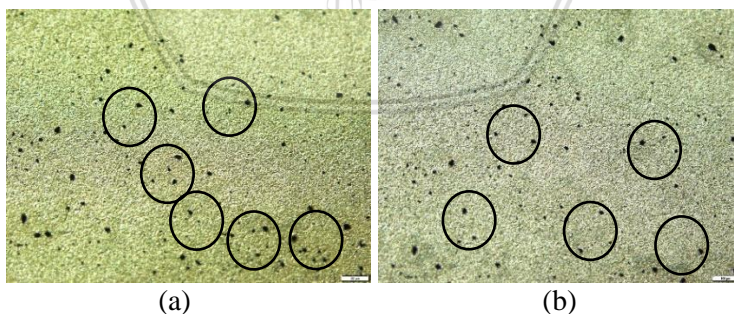
4.2 Pengaruh Daya Terhadap Morfologi Permukaan QCM yang Telah Terdeposisi PANi

Pada penelitian ini dilakukan pendeposisian bahan PANi diatas substrat QCM. Pendeposisian PANi dilakukan untuk membentuk lapisan sensitif pada QCM. Lapisan tipis PANi yang sudah terdeposisi kemudian di *treatment* menggunakan plasma oksigen. Untuk mengetahui perbedaan morfologi permukaan lapisan tipis PANi sebelum perlakuan plasma dan sesudah perlakuan plasma, maka dilakukan pengamatan menggunakan Mikroskop Optik Olympus DP73. Dari hasil pengamatan menggunakan mikroskop optik didapatkan hasil foto permukaan lapisan tipis PANi yang ditunjukkan oleh Gambar 4.3.



Gambar 4.3 (a) menunjukkan hasil pengamatan mikroskop optik sebelum perlakuan plasma, (b) menunjukkan hasil pengamatan mikroskop optik sesudah perlakuan plasma

Pada hasil pengamatan mikroskop optik, terlihat ada perbedaan pada permukaan QCM sebelum perlakuan dan sesudah perlakuan plasma yang ditunjukkan oleh gambar 4.3 (gambar (a), gambar (b)). Terbukti dari hasil pengamatan bahwa lapisan yang terbentuk adalah lapisan PANi. PANi yang terbentuk sesudah perlakuan plasma lebih sedikit dibandingkan dengan sebelum perlakuan plasma. Lapisan tipis PANi tersebut menunjukkan adanya penurunan aglomerasi. Pada perlakuan dengan daya 24W, aglomerasi pada permukaan lapisan tipis PANi sedikit menurun. Hal ini didukung dengan Gambar 4.4 (a) dan 4.4 (b) dibawah ini:



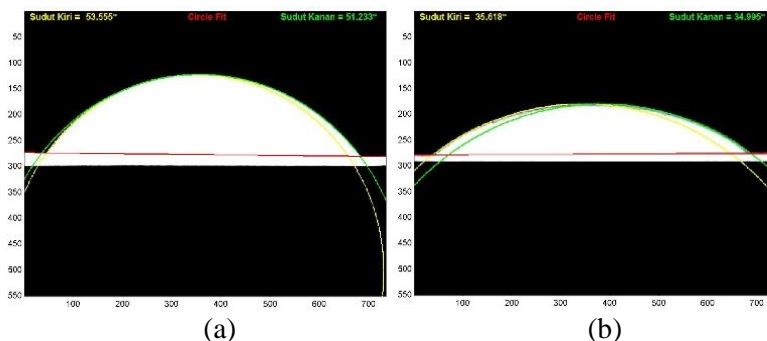
Gambar 4.4 (a) menunjukkan hasil pengamatan sebelum perlakuan. (b) menunjukkan hasil perlakuan dengan daya 24W

Berdasarkan hasil pengamatan, dapat dilihat bahwa pada permukaan setelah perlakuan plasma dengan daya 24W PANi yang terbentuk lebih menyebar dibandingkan sebelum perlakuan. Untuk pengamatan dengan daya 30W dan 42W juga terjadi hal yang sama. Semakin tinggi daya yang diberikan pada saat perlakuan plasma, maka aglomerasi lapisan PANi semakin menurun.

Tumbukan yang terus-menerus antara ion dengan permukaan substrat akan menyebabkan pengikisan dan pembentukan lapisan baru disekitar permukaan substrat tersebut. Sehingga akan menurunkan porositas dari PANi. Perubahan ini hanya terjadi pada bagian permukaan substrat, tanpa mengubah sifat keseluruhan dari substrat tersebut (Yoshida dkk, 2013).

4.3 Karakterisasi Sifat Hidrofilisitas PANi Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma Oksigen

Sifat hidrofobisitas suatu material berkaitan dengan energi permukaannya. Semakin besar energi permukaannya maka material tersebut bersifat hidrofilik. Pada material yang bersifat hidrofilik, gaya adhesi yang terjadi antara air dengan permukaan substrat menyebar dan lebih besar. Sehingga tetesan air tersebut akan menyebar merata pada permukaan substrat. Tidak hanya berkaitan dengan energi permukaan, tingkat kebasahan (*wettability*) juga bergantung pada morfologi permukaannya. Material yang bersifat hidrofilik, permukaan substratnya cenderung lebih halus sehingga air akan menyebar secara merata pada permukaannya. Dengan demikian, besarnya sudut kontak antara air dengan permukaan substrat akan semakin kecil. Dalam penelitian ini, permukaan setelah perlakuan plasma lebih halus dibandingkan dengan permukaan sebelum perlakuan plasma.



Gambar 4.5 (a) menunjukkan hasil pengukuran sudut kontak sebelum perlakuan plasma, (b) menunjukkan hasil pengukuran sudut kontak sesudah perlakuan plasma dengan daya 30 Watt

Pada gambar 4.5 diatas, dapat diketahui bahwa, sudut kontak yang terbentuk sesudah perlakuan plasma lebih kecil daripada sudut kontak yang terbentuk sebelum plasma.

Interaksi kontak antara lapisan dengan molekul air sebelum dan sesudah perlakuan plasma dapat ditunjukkan melalui tingkat hidrofobisitas lapisan diatas QCM. Dari hasil pengukuran sudut kontak sebelum dan sesudah perlakuan didapatkan hasil sebagaimana ditunjukkan oleh Tabel 4.1 dibawah ini.

Tabel 4.1 Perbandingan perbedaan sudut kontak lapisan PANi sebelum perlakuan plasma dan sesudah perlakuan plasma

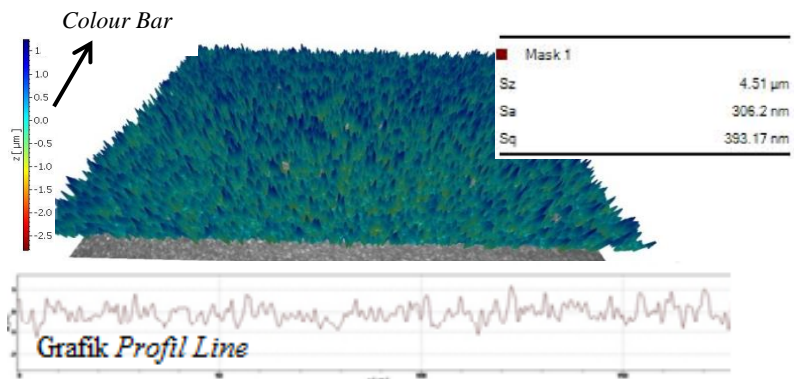
Daya (Watt)	Sudut Kontak (°)		Selisih (°)
	Sebelum Perlakuan	Sesudah Perlakuan	
24	74,03±0,36	66,20±0,34	7,82
30	51,38±0,07	32,14±1,19	19,24
42	55,37±1,14	38,21±3,27	17,15

Dari data diatas diketahui bahwa penurunan sudut kontak paling signifikan adalah QCM yang diberi perlakuan plasma dengan daya 30 Watt. Secara teori, semakin besar daya yang diberikan maka akan semakin besar pula nilai kekasarannya. Semakin kasar suatu permukaan akan semakin tinggi sudut kontakanya. Namun, pada data diatas dapat diketahui bahwa semakin tinggi daya yang diberikan

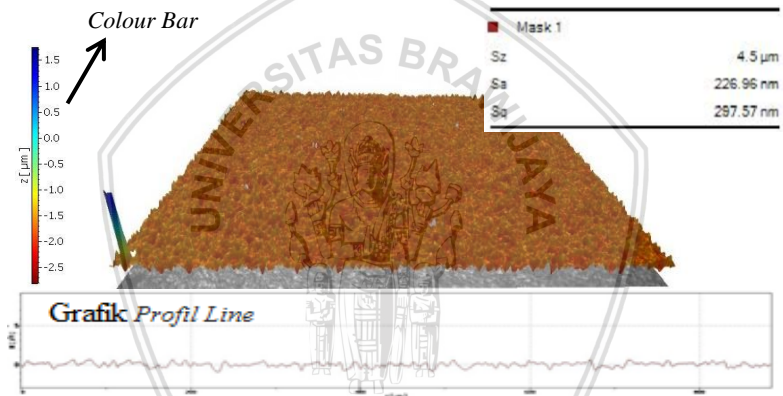
maka akan semakin kasar juga permukaannya. Hal itu berarti bahwa, semakin besar daya yang diberikan maka semakin kecil sudut kontak yang dihasilkan. Namun, pada penelitian ini pada daya 42 Watt sudut kontak yang dihasilkan lebih besar dari sudut kontak yang diberi daya 30 Watt. Semakin tinggi daya yang diberikan maka tumbukan semakin banyak dan menyebabkan aglomerasi lapisan PANi menurun. Sehingga, daya resap air dengan permukaan QCM yang dilapisi PANi akan semakin tinggi. Jika setetes butiran cairan diletakkan diatas suatu permukaan padat, cairan dan padatan bersama-sama pada kesetimbangan akan membentuk suatu sudut khusus yang disebut sudut kontak θ° . Jika dikaitkan dengan teori Wenzel, (pada Tabel 4.1) adanya keterkaitan antara nilai kekasaran dengan sudut kontak. Wenzel menemukan fakta bahwa permukaan kasar tidak semata membuat area kontak mengecil dan sudut kontak membesar, namun hal ini bergantung kepada sifat asli permukaan. Pada permukaan hidrofilik ($\theta_0 < 90^\circ$) kekasaran permukaan justru akan berefek kepada semakin kecilnya sudut kontak sehingga membuat permukaan semakin menarik air.

4.4 Karakterisasi Kekasaran (*Roughness*) PANi Sebelum dan Sesudah Perlakuan Plasma

Untuk mengetahui tingkat kekasaran lapisan tipis PANi sebelum dan sesudah perlakuan plasma dapat dianalisa menggunakan *Tophography Measurement System* (TMS-1200). Hasil karakterisasi kekasaran menggunakan TMS-1200 dapat ditunjukkan dalam Gambar 4.6 dan Gambar 4.7 dibawah ini:



Gambar 4.6 Hasil karakterisasi kekasaran QCM sebelum perlakuan plasma



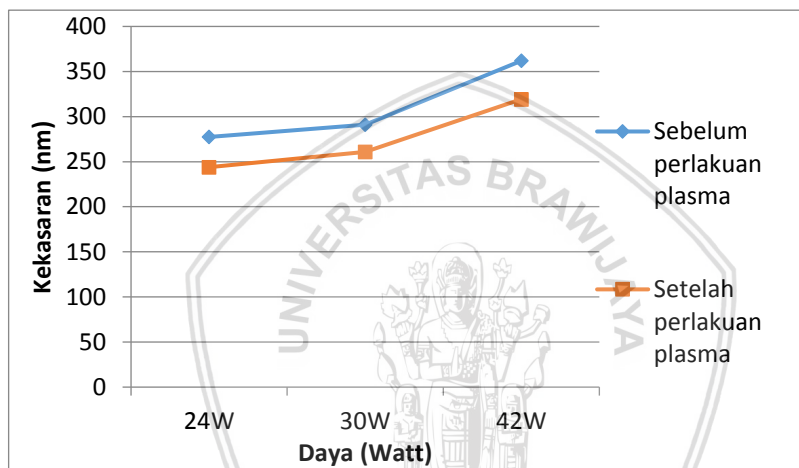
Gambar 4.7 Hasil karakterisasi kekasaran QCM sesudah perlakuan plasma

Dari hasil karakterisasi sebelum perlakuan plasma, didapatkan nilai rata-rata kekasaran sebesar 310,1733 nm. Sedangkan untuk nilai rata-rata kekasaran sesudah perlakuan plasma yaitu 274,66 nm. Jika dibandingkan, nilai kekasaran sebelum perlakuan plasma lebih kasar dibandingkan dengan sesudah perlakuan plasma. Penurunan nilai kekasaran berlaku untuk semua daya.

Paparan plasma oksigen pada permukaan QCM mempengaruhi morfologi permukaan dari QCM tersebut. Yaitu menyebabkan permukaan hasil modifikasi plasma menjadi lebih halus dibandingkan sebelum perlakuan plasma. Tumbukan yang

berenergi tinggi akibat daya yang terus dinaikkan akan mendominasi produksi elektron yang menyebabkan proses ionisasi dan rekombinasi juga semakin banyak. Tumbukan yang semakin tinggi tersebut menyebabkan munculnya *ion bombardment*. *Ion bombardment* yang terjadi pada permukaan substrat mengakibatkan terjadinya perubahan morfologi.

Hubungan antara daya dan kekasaran sebelum dan sesudah plasma bisa digambarkan dengan grafik, seperti yang terlihat pada Gambar 4.8 berikut ini:



Gambar 4.8 Perbedaan nilai kekasaran sebelum perlakuan plasma dan sesudah perlakuan plasma

Tabel 4.2 Perbandingan perbedaan kekasaran lapisan PANi sebelum perlakuan plasma dan sesudah perlakuan plasma

Daya (Watt)	Kekasaran (nm)		Selisih (nm)
	Sebelum	Sesudah	
24W	277,44	243,91	33,52
30W	291,17	260,79	30,37
42W	361,91	319,27	42,64

Dari data diatas didapatkan informasi bahwa proses plasma dapat menurunkan tingkat kekasaran permukaan. Semakin besar

daya yang diberikan maka semakin besar juga nilai kekasarannya. Selisih nilai kekasaran tidak menunjukkan tren tertentu jika dibandingkan dengan naiknya daya. Pada proses plasma dengan daya 30 Watt, densitas plasma yang dihasilkan cukup besar sehingga perubahan kekasaran yang terjadi tidak terlalu besar dibandingkan dengan perubahan kekasaran dengan daya 24 Watt dan 42 Watt.

Ketika daya yang diberikan semakin besar maka medan yang dihasilkan akan semakin besar juga dan membuat proses pembentukan spesies plasma (ion dan radikal) semakin besar juga. Jadi, dapat disimpulkan bahwa penurunan kekasaran yang paling signifikan terlihat pada perlakuan plasma dengan daya 42 Watt.



[Halaman ini sengaja dikosongkan]



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, maka dapat disimpulkan:

1. Telah terjadi perubahan gugus fungsi lapisan PANi pada QCM sesudah perlakuan plasma oksigen.
2. Semakin tinggi daya yang digunakan, maka morfologi permukaan lapisan PANi menjadi lebih kasar dan nilai kekasarannya meningkat.
3. Semakin tinggi daya yang digunakan, maka permukaan lapisan tipis PANi menjadi lebih hidrofilik.

5.2 Saran

Saran untuk penelitian selanjutnya adalah dilakukan pengujian FTIR untuk seluruh daya yang digunakan. Dan dapat menggunakan variasi parameter yang berbeda, seperti laju alir dan tekanan yang berbeda.

[HALAMAN INI SENGAJA DIKOSONGKAN]





DAFTAR PUSTAKA

- Aryati, T. 1999. Pembuatan dan Pengukuran Transmisi Bahan Polianilin Kompleks. *Penelitian*, 1–26.
- Dharmawan, R., Sudigdo, S., Harahap, H., Kimia, D. T., Teknik, F., Utara, U. S., & Microscope, S. E. 2014. Karakterisasi Sensor Polimer Konduktif Polianilin, *Jurnal Teknik Kimia USU*, 3(2), 41–44.
- Goktas, H., Demircioglu, Z., Sel, K., Gunes, T., & Kaya, I. 2013. The optical properties of plasma polymerized polyaniline thin films. *Thin Solid Films*, 548, 81–85.
- Hadi, M., Fadhel, S., Essa, O., & Saieb, A. 2014. Study the Sensitivity of Quartz Crystal Microbalance (QCM) Sensor Coated with Different Thickness of Polyaniline for Determination Vapors of Ether , Chloroform , Carbon tetrachloride and Ethyl acetate. *ISSN 2225- 0956*, 6(3), 7–12.
- Irawati, F., Sakti, S. P., & Unggul, P. J. 2013. Immobilisasi BSA pada Sensor QCM dengan Modifikasi Sifat Hidrofobik-Hidrofilik Permukaan Polistiren Menggunakan Radiasi Ultraviolet (UV), *Natural B*, 2(2), 117–121.
- Jang, J., Takana, H., Park, S., & Nishiyama, H. 2011. Effect of Liquid Droplets Injection on Powder Spheroidization Process Using a Low Power DC-RF Hybrid Plasma Flow System, *Fluid Science*, 4–7.
- Kunzo, P., Lobotka, P., Micusik, M., & Kovacova, E. 2012. Palladium-free hydrogen sensor based on oxygen-plasma-treated polyaniline thin film. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 171–172, 838–845.
- Maddu, A. (n.d.). 2008. Pengembangan sensor serat optik dengan cladding termodifikasi polianilin nanostruktur untuk mendeteksi beberapa uap kimia, *Jurnal Kimia UI*, 1–2.
- Mekki, A., Mettai, B., Ihdene, Z., Mahmoud, R., Mekhalif, Z., & Bruxelles, R. De. 2013. VOCs vapour sensor based on polyaniline salts films and quartz crystal microbalance . *DOI 10.5162/sensor/P2, 0(1)*, 709–712.
- National Physical Laboratory. 2008. *A National Measurement Good*

Practice Guide No.108. Scotland: Crown

- Phukan, A., Mishra, M. K., Saikia, B. K., & Chakraborty, M. 2010. Variation of plasma parameters in a modified mode of plasma production in a double plasma device, *Indian Academy of Science*, 74(3), 399–409.
- Robiandi, F., Didik, L. A., Rahmawati, E., Rahayu, S., & Sakti, S. P. 2014. Pengaruh Laju Deposisi Terhadap Morfologi Lapisan Zinc Phthalocyanine (ZnPc) di Atas Permukaan Polistiren / QCM dengan Proses Evaporasi Vakum. *Natural B*, 2(4), 336–342.
- Shah, M. S., Khan, N., & Ahmad, R. 2011. Characterization And Effect Of Argon- Nitrogen Plasma On Nitridation Of Aluminum Alloy. *Coden Jnsmac*, Vol. 49, No.1 & 2, 1-17
- Unand, K., & Manis, L. 2013. Analisis Sifat Listrik Komposit Polianilin (Pani) Terhadap Penambahan. *Fisika 2*, 107–113.
- Yadav, J. B., Patil, R. B., Puri, R. K., & Puri, V. 2007. Optical properties of the chopped and non-chopped vacuum evaporated polyaniline thin film. *Non-Crystalline Solids* 353, 4691–4696
- Yoshida, S., Hagiwara, K., Hasebe, T., & Hotta, A. 2013. Surface modification of polymers by plasma treatments for the enhancement of biocompatibility and controlled drug release. *Surface and Coatings Technology*, 233, 99–107.
- Yuan, Y., & Lee, T. R. 2013. *Contact Angle and Wetting Properties. Surface Science Techniques* 3-6.